

# Síntese e aplicação do silsesquioxano carboxilato de cadeia longa contendo o grupo 1,4 diazoniabicyclo [2, 2, 2] octano

Gabriel Schrader<sup>1</sup>, Tania Maria Haas Costa<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

<sup>2</sup> Laboratório de Sólidos e Superfícies, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

## INTRODUÇÃO

- O avanço da tecnologia exige novos materiais de proteção, o que resulta na necessidade contínua de pesquisa. Assim, surgiu o ramo da pesquisa em materiais híbridos organo-inorgânicos pelo método sol-gel, que agregam novas propriedades, devido ao tamanho reduzido dos domínios que os compõem e do grande número de átomos em interface, se apresentando na forma de pó, fibras, filmes e outros, criando uma variedade de aplicações.
- Nesse trabalho foi desenvolvido um silsesquioxano de cadeia longa contendo o grupo dicatiónico 1,4-diazoniabicyclo [2, 2, 2] octano (diestearato de dabco) e tendo como contra íon um carboxilato de cadeia longa (obtido através do composto octadecanoato de sódio), além de propor e desenvolver sua aplicação na dispersão de nanotubos de carbono, entre outros.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

- Realização de 3 sínteses:
- Formação do 3-n-propiltrimetoxisilil-1,4 diazoniabicyclo [2,2,2] octano ( $C_{12}H_{30}Si_2N_2Cl_2O_6$ ).
- Formação do octadecanoato de sódio ( $C_{17}H_{35}COO^-Na^+$ ) pela reação:  $C_{21}H_{42}O_4 + NaOH \rightarrow C_{17}H_{35}COO^-Na^+ + C_3H_8O_3$
- Formação do silsesquioxano diestearato de 3-npropiltri-hidróxissilil 1,4 diazoniabicyclo[2,2,2]octano ( $C_{48}H_{100}Si_2N_2O_{10}$ ) pela reação:  $C_{12}H_{30}Si_2N_2Cl_2O_6 + 2 C_{17}H_{35}COO^-Na^+ \rightarrow 2 NaCl + C_{48}H_{100}Si_2N_2O_{10}$

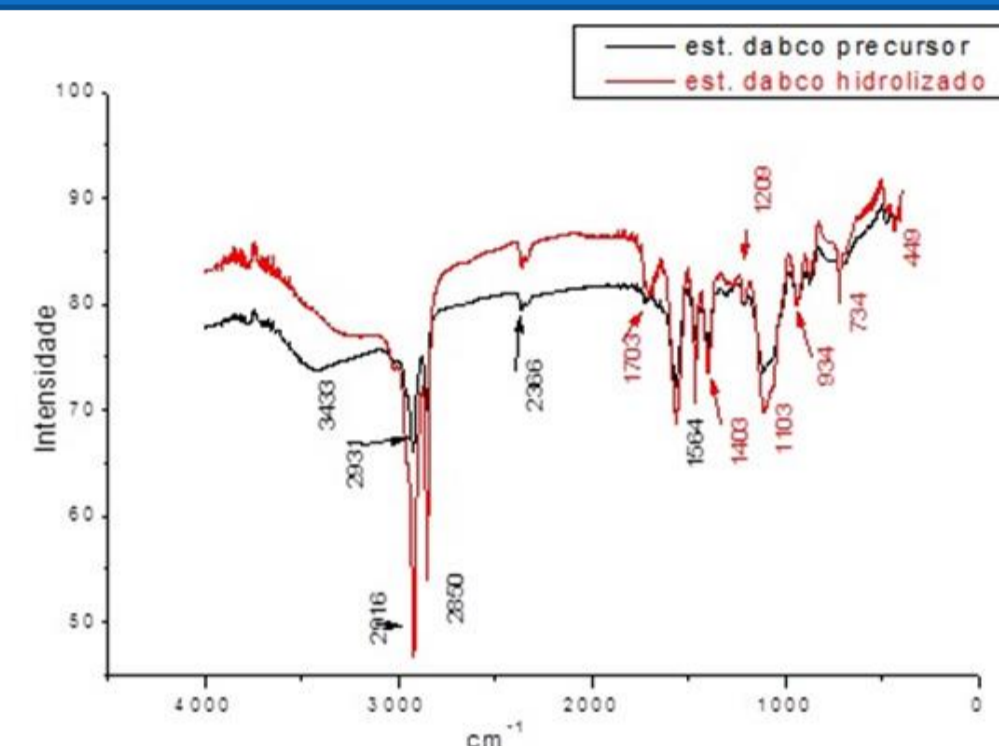
## RESULTADOS E DISCUSSÕES

- Análise elementar CHN: A tabela I contém os dados percentuais ponderais de análise elementar para C, H, N e Cl, assim, confirmando que ocorreu a troca iônica.

**Tabela I.** Análise elementar CHN e Cl dos precursores e seus

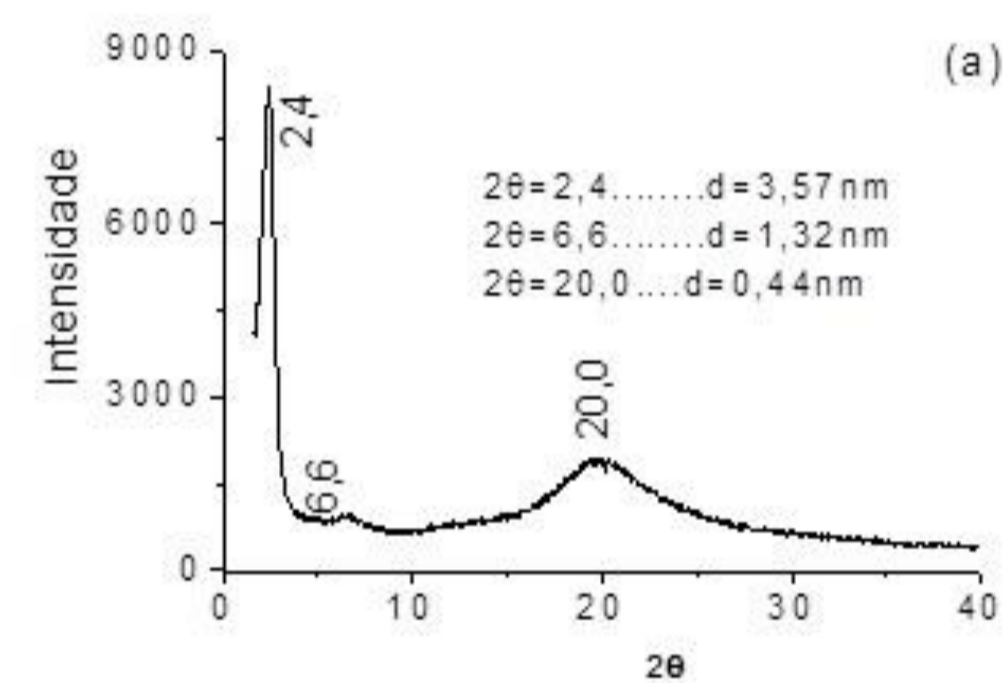
AMOSTRA(% em massa)	Condição	C	H	N	Cl
Dicloreto de dabco precursor	Teórico	42,41	8,32	5,43	13,91
	Experimental	28,27	7,27	6,35	13,86
Dicloreto de dabco hidrolizado	Teórico	33,86	7,12	6,58	16,66
	Experimental	29,91	7,31	8,35	12,76
Diestearato de dabco precursor	Teórico	64,54	11,15	2,78	-
	Experimental	58,31	11,40	2,80	-
Diestearato de dabco hidrolizado	Teórico	61,60	10,86	3,04	-
	Experimental	61,58	11,92	2,51	-

- Espectroscopia de infravermelho: A figura 1 apresenta a sobreposição dos espectros de infravermelho dos diestearato de dabco precursor e hidrolizado, onde em  $1564\text{ cm}^{-1}$  refere-se à banda intensa de carboxilato do ânion estearato;  $1103\text{ cm}^{-1}$  referente ao estiramento Si-O de tetraedros. Em  $2931\text{ cm}^{-1}$  aparece a banda intensa de estiramento de grupos  $CH_2$ .



**Figura 1.** Sobreposição dos espectros de IV do diestearato de dabco precursor e do hidrolizado.

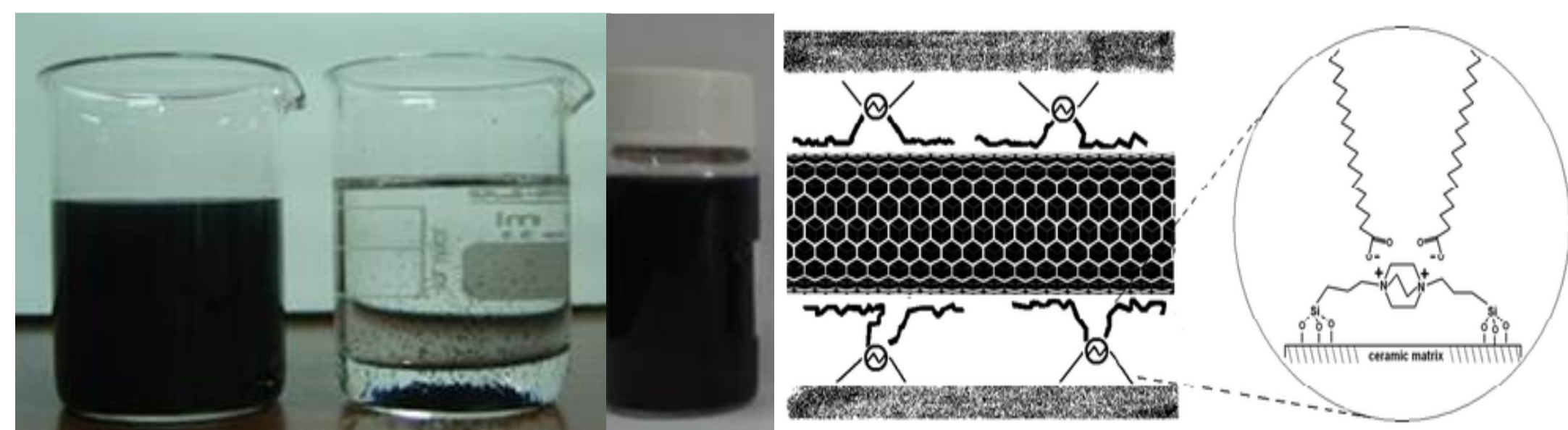
- Diffractometria de raios X: Analisando a figura 2, observa-se a existência de um pico muito intenso em torno de  $2,0^\circ$  que corresponde a um espaçamento interplanar de 4,4 nm que é muito próximo do pico do estearato de sódio. O DRX do diestearato de dabco hidrolizado apresenta uma região de organização semelhante ao precursor.



**Figura 2.** DRX do diestearato de dabco precursor;

- Dispersão de diestearato de dabco e nanotubos de carbono em triseccutóxido de alumínio e em tetra n-propóxido de zircônio:

O diestearato de dabco sintetizado foi aplicado para dispersar nanotubos de carbono de paredes múltiplas em suspensões de alcóxidos metálicos para posterior hidrólise pelo método sol-gel.



**Figura 3.** NTCPM dispersos em solução de diestearato de dabco: a) tri-secbutóxido de alumínio em butanol; b) apenas em butanol; c) tetra n-propóxido de zircônio em butanol; d) esquema das interações do nanotubo de carbono com o estearato de dabco.

## CONCLUSÃO

Pelo proposto, pode-se concluir que os objetivos foram alcançados na medida em que a síntese do diestearato de dabco e sua caracterização foram realizadas. Outras propostas alcançadas foram as de constatar a eficácia na dispersão de NTCPM em matrizes cerâmicas de alumina e zircônia.